

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-110445

(43)Date of publication of application : 10.05.1991

(51)Int.Cl. G01N 15/08
B01D 65/10

(21)Application number : 01-248497 (71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 25.09.1989 (72)Inventor : TAKAGI YASUYUKI
OTANI SUMIO
YOKOTA MINORU

(54) COMPLETENESS TESTING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To detect a defect of the structural parts of a filter and a filter cartridge at high precision by measuring diffusion flow rate or pressure holding value at the pressure of at least two points in a range of $\leq 90\%$ value of a bubble point of the filter.

CONSTITUTION: Liquid such as water which is low in solubility of gap and small in diffusion coefficient and high in surface tension δ is utilized for test liquid. The contact angle of test liquid and a membrane is regulated to θ . The relation of radius (r) of a defect of a filter or a cartridge and the spray pressure P of test liquid is shown in $r=2\delta\cos\theta/P$. Spray amount QL (ml/min) is obtained by an expression $QL=15\pi d^4 P/32L\eta$ in the case of (d) (μm) diameter of a defect, P (bar) differential pressure, L (m) length of the defect and η ($\mu poise$) viscosity of spray fluid. Accordingly, completeness can be tested at the pressures for two or more points of $\leq 90\%$ value of bubble, with the diffusion flow rate or pressure holding value and differential values between measurement points as an inspection standard point.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開
 ⑫ 公開特許公報 (A) 平3-110445

⑬ Int. Cl.
 G 01 N 15/08
 B 01 D 65/10

識別記号 庁内整理番号
 A 7005-2C
 8014-4D

⑭ 公開 平成3年(1991)5月10日

審査請求 未請求 領收項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 完全性試験方法

⑯ 特 願 平1-248497
 ⑰ 出 願 平1(1989)9月25日

⑱ 発明者 高木 康行 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内

⑲ 発明者 大谷 純生 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内

⑳ 発明者 横田 勤 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内

㉑ 出願人 富士写真フィルム株式会社 神奈川県南足柄市中沼210番地

明細書

1. 発明の名称 完全性試験方法

2. 各種技術的範囲

フィルターのバブルポイント値の90%以下の圧力範囲で、二点以上の圧力における圧縮率又はプレッシャーカーホールド値を測定し、その測定値及び測定点間の区分値を検査基準とするフィルターまたはフィルターカートリッジの完全性試験方法。

3. 発明の詳細な説明

(底面上の利用分野)

本発明は固体の粒過に使用されるフィルターおよびフィルターカートリッジの完全性試験方法に関するものである。特に詳しくは微細濾過器あるいは微外線濾過器フィルターおよびフィルターカートリッジの完全性試験方法に関するものである。

ここでいうフィルターおよびフィルターカートリッジは液体中に存在する粒子や微生物を通過させずするもので、半導体製造工程、医薬製造工程、食品・飲料水・アルコール飲料等の取扱工程等で用いられるものである。

(従来の技術)

上記の如き分野で用いられるフィルターおよびフィルターカートリッジは、それぞれの分野の製造工程での目的により種々なものが用いられているが、性能的に重要な役割をもっているものは10μm以下程度は1mmないしは0.1mmの辺の大きさの微粒子や微生物を捕捉除去する精緻な過濾や生物反応生成物や蛋白質の如き高分子物質の一連の分子量以上のものの過濾を行わない粗粒過濾を用いたフィルターないしはフィルターカートリッジである。これらフィルターあるいはフィルターカートリッジは医薬製造工程や食品・飲料水・アルコール飲料工程では直接製品ないしは半製品の精選や、製品成分となる液体の精過、工程純净水のは過濾に用いられる。このは過濾器を用うる過濾は横孔孔径で、その内部には複数の空孔を有したスパンジング構造ないしは膜の一面は空孔を有する側で他面は緻密な膜を有する構造であり、その空隙率は最大90%となるものもある。ここで言うフィルターカートリッジとは、は適用段孔をアリーフ状に加工して折り目をつけ、この

特開平3-110415(2)

プリーツ折り目を平行にした方向に高さを片った円筒状のは透過液体を形成したプリーツ型フィルターカートリッジや、並排通路を有する平板状の支撑体の上下両面に膜透波を接着させた膜透エニットを複数してなる円板状型フィルターカートリッジなどと呼ばれることが出来る。このようなフィルターないしはフィルターカートリッジの用途においては通常液体の中に含まれる微生物や微粒子の透過液体への漏洩は許されない。もし透過液体に微生物や微粒子が存在すると有害な医薬や食品製品を製造することになる。特に医薬の場合、確かに他の微生物が滅ぼした場合でも保存中成いは運送中に増殖し、ひどい量の菌を含む医薬品や食品となってしまう。このような医薬品や食品は、人体に有害であることは言うまでもない。またバイオジェン物質の細胞活性性状が透過液体に対応するとこれら医薬品等を投与した場合に効果があるという潜在的な問題となる。このような事を防止するためにフィルターカートリッジの製造業者は細密な製造工場管理や品質管理を行っている。それに加えてフィル

ターおよびフィルターカートリッジの使用者も使用の前を後ろに使用しようとしているフィルターないしはフィルターカートリッジが微生物や微粒子を捕捉・阻止する性能が目的とする水準であることを確認する。この微生物や微粒子を捕捉・阻止する性能を試験する方法が完全透試験（Integrity Test）である。

完全透試験の方法は大きく分類すると現在3種の方法が行われており、それぞれは(I)バブルポイント法、(II)散放量法、(III)レッシュカールド法である。これらいずれの方法も原理は試験するフィルターあるいはフィルターカートリッジの透過液に液体（試験液）を充満しこの試験液を含む膜の一次側に二次側よりも大きな圧力の気体を負荷し、この気体の二次側への流れの運動ないしは流量を測定しフィルターないしはフィルターカートリッジの最大の欠陥の存在を判定する。以下にさらに詳しく各々の試験方法について説明する。

(I)バブルポイント法

試験する透過液の二次側に液体く容器は水やアル

コール）を設けし、一次側に気体を導かす。この圧力を逐次増大し、二次側に気泡が発生する圧力でフィルターあるいはフィルターカートリッジに存在する最大の孔ないしは空隙の大きさを判断し、フィルターないしはフィルターカートリッジとしての機能性の完全さを判定する方法である。一次側の圧力が小さい時は二次側の液体中には気泡が見られないが、圧力が一定の値を越えると液体中に存在する最大の孔あるいは孔隙、孔過渡とフィルターカートリッジ部品との接觸部分に存在する空隙、フィルターカートリッジ部品等に存在する空隙等の内の最大の孔ないしは空隙を通じて気泡が発生するのが観察される。この圧力をバブルポイントという。バブルポイントは気体の通過する孔ないしは空隙の大きさに比例している。従ってこの圧力から気体が通過してきた孔あるいは空隙の大きさを判断することができる。

四散散放量法

フィルターないしはフィルターカートリッジの最大孔である孔透過の中に試験液を充満させ試験の膜を形成する。一次側に気体を存在させ、圧力をか

けて二次側に漏れてくる気体の量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジ中に存在する最大の孔ないしは空隙の大きさを推定するものである。一次側の透過膜中の液体の表面では圧力が大きくなるにつれて一次側の気体が液体に溶解する量は増大する。液体中に気体の過度充満が発生し、溶解した気体ははばにより二次側にも動していく。一次側の気体の圧力が小さいときには透過膜を通じて二次側へ移動する気体の量は液体によるものだけであるが、漸次圧力を大きくしていくと前述のバブルポイントに達し、この孔ないしは空隙を通じて気体は比較的小さな孔ないしは空隙となり二次側に流れることが可能になる。すなわちこのバブルポイントに達すると気泡に二次側に流れる気体質量は増大する。この二次側に流れる気体質量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジに存在する最大の孔ないしは空隙の大きさを推定することができる。微粒子や微粒子を捕捉しない孔や空隙の大きさを予め求めておき、その値より計算される圧力以下の圧力で二次側に流れる気体

特開平3-110445(3)

数量が試験流のみであることを用かめてフィルターないしはフィルターカートリッジが目的の微生物ないしは微生物の捕捉性を有していることを確認する。
即アレッシャーホールド性

この方法は試験流法と同様に試験流を充満し、一次側と二次側に気体を存在せしめ、一次側の気体体积と圧力を一定にし試験流を充満した後漏過を通じて時間の経過とともに流れれる液体の量に従って減少する一次側の気体の圧力を測定し、フィルターやフィルターカートリッジに存在する最大の孔や空隙の大きさが目的の微生物や微生物の捕捉性を有していることを確認する。

フィルター及びフィルターカートリッジのユーザーは、上記三種の方法の中から、メーカーの選択する方法に従い、完全性試験を実施していた。

＜発明が解決しようとする課題＞

しかしながら、捕捉すべき空や微生物を漏らしてしまうような欠陥からの気体の放散が十分に小さい場合は、上記試験方法では欠陥の存在を見逃すがそれがあった。即に著願50-154051 年特開昭62-270

95に記載されているが如き其方法を有する機器性过滤板では、孔径の大きな孔を一枚側として用いる場合は、一次側の気体の圧力を高くすれば高くなるほどフィルターに保持される試験流の量が減くなり結果として回収されるアレッシャーホールド法の圧力被少波や放散流量が大きく検出されるようになり、さらに欠陥の存在を見逃す事が高くなる。

また、フィルターまたはフィルターカートリッジの漏れのばらつきや、次の製造工程でのばらつきが大きい場合には、これら欠陥から漏出する放散波が十分小さい場合には、そのばらつきの範囲内に检测波が隠れてしまう恐れがあった。

また、一般的には检测作業は所時間に行なうことが求められる。特に医薬製造工程で用いられる時は过滤板の漏れ检测を防止するために短時間漏過を必要とする。このため漏出時間の漏過量を大きくするために漏過面積の大きなフィルターないしはフィルターカートリッジが持られて用いられる。しかし漏過面積を大きくすると上記完全性試験において、検出すべき欠陥から放出する放散に對して、検出全体か

ら放出する放散流量の割合や、アレッシャーホールド波が相対的に大きくなり、検出しづくなる恐れがある。

本発明はこのような問題を解決する方法を提供するものである。すなわち本発明はフィルターおよびフィルターカートリッジの完全性試験において、フィルターおよびフィルターカートリッジの構造部分に存在する欠陥をより高精度に検出することを目的とするものである。

＜問題を解決するための手段＞

前記問題を根柢検討した結果、上記何れの完全性試験方法でも検出が困難であった、捕捉すべき空や微生物を漏らしてしまうような大きさの欠陥を検出するには、フィルターのパブルダインツの9.0%以下の範囲で、二点以上の圧力における放散波又はアレッシャーホールド波を測定し、その測定期及び測定期間の波分波を検査基準とするフィルターまたはフィルターカートリッジの完全性試験方法によって検出されることを見出した。さらには何について以下に説明する。フィルタースはフィルターカー

トリッジに存在する欠陥の大きさ(半径r)と、欠陥に収まされた試験流が吹き出る圧力Pの関係は、

$$r = 2 \cos^{-1} \theta / P$$

上記の式において、r : 試験流の放散半径
θ : 放散波と横の接触角を表す。

と表される。即ち、フィルター又はフィルターカートリッジに欠陥が存在した場合、ある部位の圧力Pで空気が吹き出す。また、欠陥から吹き出る空気の量は、以下に示すようなハーゲンボアズイエ式によって求められる。

$$Q_c = 15 \pi d^2 \Delta P / 32 \text{ l/s}$$

上記の式において、Qc : 気体の放出速度
(ml/min)、d : 欠陥の直径 (μm)、
 ΔP : 差圧 (bar)、L : 欠陥の長さ (m)
c : 放出する気体の粘度 (μPoise) を
表す。

本発明に於ける二点以上の測定圧力は、上記欠陥が含まれるような部位に設定する。得られた測定期の波を、測定期圧の並で算出したものが、波分波となる。得られた波分波は、上記欠陥が存在したならば、

特開平3-110445(4)

店よりも大きく被覆されるはずである。

この改良した完全性試験法に適用できるフィルターカートリッジの種類は問わないがこの効果が顕著なのは組み込まれている糸面積が大きいものである。たとえばも、40gから2.1gの有効面積を有するシングルオーブンエンドやダブルオーブンニンドタイプのブリーツ型フィルターカートリッジや、0.05μmから0.2μmの有効面積を有する円盤型隔壁フィルターカートリッジをあげることができる。フィルターカートリッジに組み込まれている糸面積の複数はいずれのものでも本改良完全性試験を行なうことができるが、本発明の効果が顕著なのは例えば、特開昭56-154051や特開昭62-27066に記載されているような異方性を有する微孔性薄膜の如き試験圧力の増大によって膜に含まれる試験液中の糸が繋くなり、結果として通過される透析流量や、プレンチャーホールド値が大きく低下されるような構造を持つものである。またこの発明に適用する試験法の種類は問わない、一般的には承認されたソリューション、スクワール、メタノール等のアルコ

ールが使われるが、特生しくは水などの、比較的気体の溶解度が低く、は數倍数が小さく、表面張力が高くて、膜のバブルポイントが高く抵抗されるものが良い。

実施例

平均孔径が0.2μmのポリスルファン製糸面積過濾（バブルポイント約5.5μl/cm²/cm）を0.2g組み込んだ円盤型隔壁フィルターカートリッジ及びフィルターカートリッジの完全性試験を本発明の方法にしたがって実施した。試験圧力は2.5μl/cm²、3.25μl/cm²、4.0μl/cm²で、試験液は水で、透過液への試験液の充填は、フィルターカートリッジをフィルターへクリーニングに装置し25mlの透析水を一定速度で5分間透析することによって行った。その結果を第1表の1欄に示す。更にASTMに示される方法に基づいて通過フィルターの検査テストを行った結果について示した。（但し、検査菌は*Pseudomonas oleincola* ATCC 19146）

第1表

	サンプルA		サンプルB	
試験圧力 μl/cm ²	透析流量 (ml/min)	透析流量 の区分値 (ml/cm ² ·μl·min)	透析流量 (ml/min)	透析流量 の区分値 (ml/cm ² ·μl·min)
2.5	4.8	—	4.3	—
3.25	7.2	3.2	7.6	4.4
4.0	9.6	3.2	10.0	3.2
検査結果	泄漏なし		漏出する	

上記の結果、サンプルAでは、透析流量及び透析流量の区分値には異常に見られない。一方サンプルBでは、透析流量には異常に見られないが、透析流量の区分値には3.25μl/cm²の時に異常が見られる。また、検査結果から、サンプルBには欠陥が存在したことを見付ける。カートリッジの分離の結果、サンプルBには数か所欠陥が存在することが判明した。

参考文献入　富士写真フィルム株式会社